

Penghalusan Serbuk dan Efeknya pada Fasa dan Sifat Magnetik Sistem Magnet Permanen Berbasis $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (Mujamilah)

PENGHALUSAN SERBUK DAN EFEKNYA PADA FASA DAN SIFAT MAGNETIK SISTEM MAGNET PERMANEN BERBASIS $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$

Mujamilah, Evi Yulianti, Sudaryanto, Grace Tj. Sulungbudi dan Ridwan

*Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN
Kawasan Puspipetek,, Serpong 15314, Tangerang*

ABSTRAK

PENGHALUSAN SERBUK DAN EFEKNYA PADA FASA DAN SIFAT MAGNETIK SISTEM MAGNET PERMANEN BERBASIS $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Telah dilakukan proses penghalusan serbuk pada sistem paduan magnet permanen berbasis $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dengan metode *milling* dan *sonochemistry* dengan variasi waktu proses 1 jam sampai dengan 6 jam. Serbuk awal, merupakan paduan hasil proses *melt spinning* yang diikuti proses penghalusan kasar, memiliki fasa amorf $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ tercampur fasa kristalin $\alpha\text{-Fe}$ dengan ukuran serbuk berkisar antara (60 – 325) μm . Hasil analisis data difraksi sinar-X pada serbuk hasil *milling* menunjukkan terjadi penumbuhan fasa kristalin $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ yang diikuti dengan penurunan fasa $\alpha\text{-Fe}$. Sedangkan hasil pengukuran sifat magnetik menunjukkan terjadinya penurunan nilai koersivitas dengan makin lamanya proses *milling*. Penurunan nilai koersivitas ini dianalisis disebabkan oleh penurunan ukuran serbuk yang lebih kecil dari batas ukuran domain tunggal. Sedangkan pada proses *sonochemistry*, sampai batas waktu proses yang dilakukan, belum terjadi perubahan fasa maupun ukuran butir yang cukup berarti.

Kata kunci : Penghalusan serbuk, *HEM*, *sonochemistry*, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$

ABSTRACT

PARTICLE REFINING AND ITS EFFECT ON PHASE AND MAGNETIC PROPERTIES OF PERMANENT MAGNET SYSTEM BASE ON $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Particle refining process of permanent magnet system based on $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ by milling and sonochemistry methods with processing time varied from 1 to 6 hours has been done. The original material produced by melt spinning process followed by coarse grinding have the $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ amorphous phase mixed with $\alpha\text{-Fe}$ crystalline phase which have particle size in the range of (60-325) μm . Analysis of X-ray diffraction data on milling product shows growth of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ crystalline phase followed by decreasing of $\alpha\text{-Fe}$ phase. Magnetic property analysis results show that the coercivity tends to decrease with milling process. This decreasing is analyzed caused by particle size refining smaller than single domain size particle. On the other side sonochemistry process, give no significant change of phase and grain size.

Key words : Particle refining, *HEM*, *sonochemistry*, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$

PENDAHULUAN

Aplikasi magnet permanen pada saat ini makin berkembang dengan diperolehnya serbuk bahan tersebut dalam ukuran yang sangat kecil atau dalam skala nanometer. Serbuk yang terbentuk dalam sistem *ferrofluid* mulai banyak diaplikasikan pada sistem sensor, mikroelektronik [1] serta mulai diteliti dalam aplikasi untuk biomedis terutama sebagai *agent hyperthermia* [2]. Secara umum bahan ini diproses melalui beberapa *route* yang meliputi proses pepaduan mekanik (*mechanical alloying*), pembekuan cepat (*rapid solidification/melt spinning*), maupun proses kimiawi [3]. Proses-proses ini menghasilkan bahan berbentuk bongkahan ataupun serbuk berukuran puluhan sampai ratusan mikrometer. Sehingga untuk mendapatkan serbuk dalam ukuran yang lebih kecil perlu dilakukan proses lanjutan.

Salah satu metode yang biasa digunakan dalam proses penghalusan lanjutan ini adalah proses *milling* baik memakai sistem *ball milling* maupun *disc milling*. Dalam pelaksanaannya proses ini akan menimbulkan akumulasi panas yang cukup besar yang memungkinkan terjadinya perubahan fasa dan sifat magnet pada serbuk. Proses *ball mill* selama 50 jam pada serbuk magnet berbasis $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ hasil proses *melt spinning* menghasilkan serbuk dengan ukuran $\sim 20 \mu\text{m}$ dengan fasa yang berubah dari campuran fasa amorf $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan fasa kristalin $\alpha\text{-Fe}$ menjadi fasa tunggal kristalin $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sehingga sifat magnet menjadi berubah [4]. Penghalusan lebih lanjut cenderung kurang efektif menurunkan ukuran serbuk.

Metode lain yang mulai banyak digunakan adalah metode *milling* energi tinggi (*High Energy Milling*, *HEM*) dan metode *sonochemistry*. Hasil proses *HEM* pada sistem magnet permanent berbasis ferit menunjukkan adanya proses penghalusan yang cukup efektif sampai orde nanometer [5]. Demikian juga proses *sonochemistry* diketahui digunakan untuk membuat serbuk Fe berukuran nanometer dengan hasil yang baik [6].

Pada penelitian ini akan dilakukan proses penghalusan serbuk magnet berbasis $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ hasil proses *melt spinning* dengan kode bahan MQP-0 produksi *Magnequench Inc.* Proses penghalusan dilakukan dengan menggunakan metode *HEM* dan *sonocHEMistry* dan selanjutnya dipelajari efektifitas penghalusan serta perubahan fasa maupun sifat magnetik yang terjadi.

METODE PERCOBAAN

Seperti telah disampaikan pada bagian pendahuluan, serbuk awal yang akan diproses adalah serbuk MQP-0. Serbuk diketahui memiliki distribusi ukuran awal berkisar antara 60 μm sampai dengan 325 μm dengan fasa mayor magnet permanent $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan fasa minor magnet lunak $\alpha\text{-Fe}$. Fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ cenderung mempunyai fasa struktur amorf sedangkan fasa $\alpha\text{-Fe}$ cenderung berfasa kristalin tergantung pada ukuran serbuk [4]. Penghalusan dengan metode *HEM* dilakukan dengan menggunakan wadah dan bola dari bahan baja tahan karat dan dengan menambahkan cairan toluene untuk mencegah terjadinya oksidasi dan pemanasan berlebih. Proses dilakukan secara bertahap 1 jam sampai dengan 5 jam dimana setiap jam proses dihentikan dan sebagian serbuk diambil setelah sistem menjadi dingin untuk proses karakterisasi.

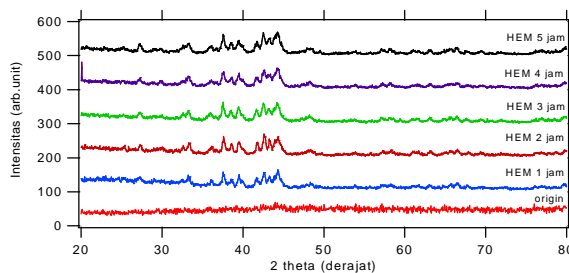
Untuk proses *sonochemistry*, serbuk dicampur dengan cairan *toluene* dalam perbandingan 1 g serbuk per 10 mL cairan dan ditempatkan pada wadah gelas *beaker*. Proses dilakukan dengan suhu sistem dijaga pada suhu tetap 30°C dengan menempatkan gelas *beaker* pada lingkungan es kering. Proses sonikasi dilakukan dengan waktu proses 1 jam, 2 jam dan 6 jam. Karakterisasi fasa dan ukuran kristalin serbuk hasil proses dilakukan dengan menganalisis pola difraksi sinar-X. Sedangkan sifat magnetiknya dianalisis dari kurva histeresis hasil pengukuran dengan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM). Sebagian serbuk juga diamati morfologinya menggunakan mikroskop optik.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses HEM

Pada Gambar 1 diperlihatkan pola difraksi sinar-X dari serbuk MQP-0 hasil proses *HEM*. Dibandingkan serbuk awal terlihat terjadi pertumbuhan

fasa kristalin fasa mayor $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dan penurunan fasa kristalin $\alpha\text{-Fe}$ seperti pada proses dengan *ball milling*. Namun pada proses dengan *HEM* ini pertumbuhan sudah terjadi dari awal proses. Semakin lama waktu proses cenderung hanya mengakibatkan sedikit perubahan fasa. Hasil ini didukung oleh hasil perhitungan ukuran kristalin yang cenderung tidak terlalu banyak berubah pada 3 jam awal proses dan cenderung menurun dengan waktu proses yang lebih lama seperti ditunjukkan pada Tabel 1 dan Gambar 2. Perhitungan ukuran kristalin dilakukan pada puncak (214).

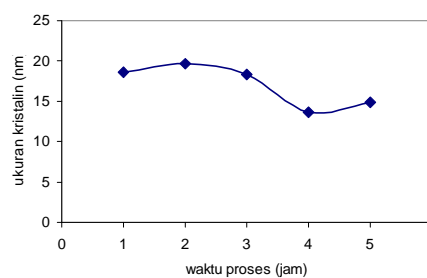


Gambar 1. Pola difraksi serbuk MQP-0 hasil proses *HEM* selama $t = 0$ jam, 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam berturut-turut dari bawah ke atas.

Tanda ▼ menyatakan posisi puncak (214)

Tabel 1. Ukuran kristalin serbuk MQP-0 hasil proses *HEM* pada berbagai waktu proses

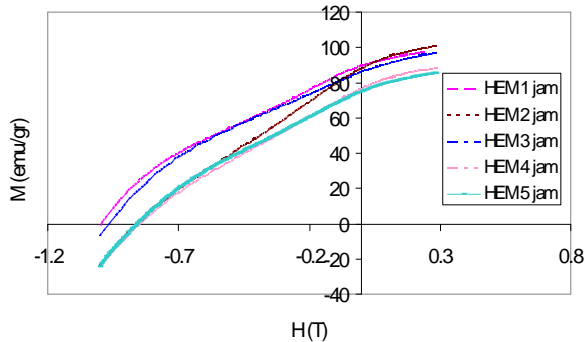
Waktu proses (jam)	Ukuran kristalin (nm)
1	18,6
2	19,7
3	18,3
4	13,6
5	14,9



Gambar 2. Grafik ukuran kristalin serbuk MQP-0 hasil proses *HEM* sebagai fungsi waktu proses

Hasil ini berbeda dengan proses sejenis pada serbuk magnet berbasis ferit [5] dimana proses *HEM* cenderung merusak fasa kristalin dan makin meningkat dengan makin meningkatnya waktu proses sehingga perlu proses *annil* untuk merekristalisasi bahan. Hal ini dianalisis disebabkan panas yang timbul pada proses ini tidak cukup besar untuk pertumbuhan kristalin $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ lebih lanjut. Selain itu proses pertumbuhan *grain* juga terhambat oleh adanya proses pengecilan

serbuk yang telah memasuki orde nanometer. Analisis ini didukung hasil pengukuran sifat magnetik yang ditunjukkan pada Gambar 3. Harga remanensi berubah pada awal proses dan selanjutnya cenderung stabil yang menunjukkan adanya penurunan fasa $\alpha\text{-Fe}$ yang memiliki magnetisasi saturasi yang lebih tinggi dibanding fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ pada awal proses.



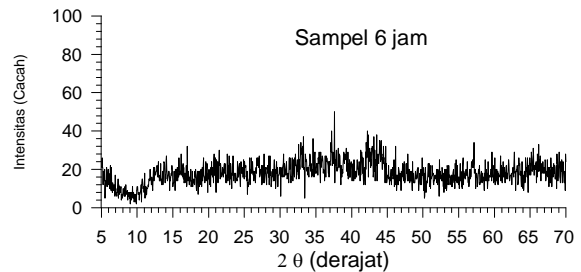
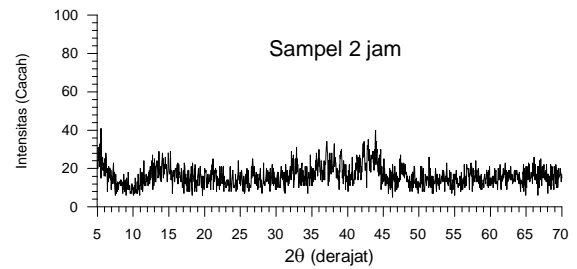
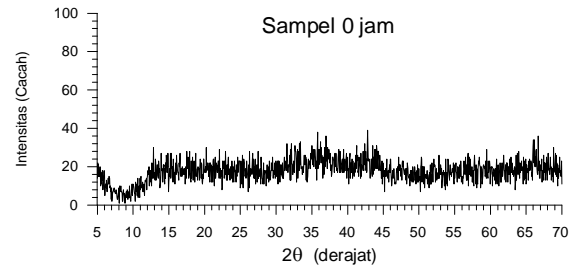
Gambar 3. Kuadran 2 kurva histeresis serbuk MQP-0 pada berbagai waktu proses.

Demikian pula harga koersivitas intrinsik (H_{ci}) cenderung menurun cukup tajam dengan makin lamanya waktu proses. Bila mengacu pada konsep domain [7], kecenderungan ini menunjukkan telah terlampaunya batas ukuran *single domain particle* ($\sim 1 \mu\text{m}$ untuk sistem $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) [8]) sehingga makin kecil serbuk maka H_{ci} akan cenderung turun. Untuk lebih memastikan kondisi ini akan dilakukan penelitian lanjutan studi strukturmikro dari serbuk dengan metode SEM/TEM.

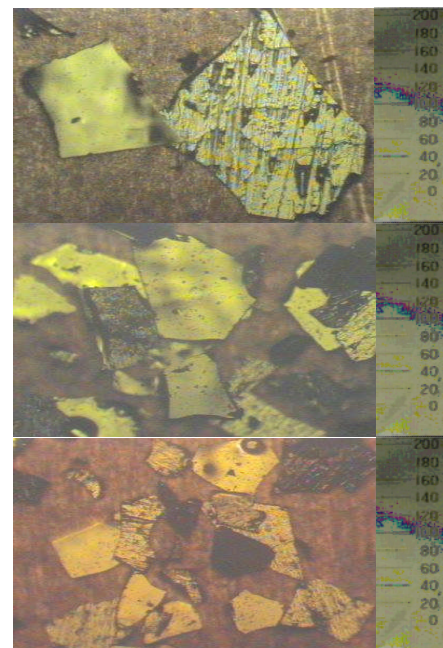
Proses Sonochemistry

Berbeda dari proses *HEM*, sampai batas waktu yang dilakukan, proses *sonochemistry* belum mengakibatkan perubahan baik dari sisi fasa maupun ukuran serbuk yang cukup berarti. Pola difraksi dari berbagai waktu proses pada Gambar 4 menunjukkan tidak terjadinya pertumbuhan fasa kristalin $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Hal ini dianalisis disebabkan tak adanya panas yang terakumulasi karena suhu proses yang terjaga konstan. Sehingga bisa diasumsikan sifat magnetik serbukpun akan tidak terlalu banyak berubah. Demikian pula ukuran serbuk belum berubah banyak dibanding proses *HEM* seperti diperlihatkan pada hasil foto optik pada Gambar 5.

Dari pembacaan diperoleh bahwa, sampai 6 jam waktu proses serbuk masih berukuran $\sim 50 \mu\text{m}$. Proses ini yang melibatkan energi yang cukup tinggi seharusnya bisa diharapkan memberikan hasil serbuk yang lebih halus. Kekurangsempurnaan hasil pada kegiatan yang dilaporkan ini kemungkinan terletak pada terlalu rendahnya fraksi serbuk magnet terhadap cairan *toluene* sehingga proses penghalusan menjadi kurang efektif. Hal lain yang perlu dicermati pada proses ini adalah efektifitas cairan media baik sebagai media penghimpun energi maupun penghambat proses oksidasi.



Gambar 4. Pola difraksi serbuk MQP-0 hasil proses *sonochemistry* selama masing-masing 0, 2 dan 6 jam berturut-turut dari atas ke bawah.



Gambar 5. Foto mikroskop optik serbuk MQP-0 setelah proses *sonochemistry* selama 0 jam, 2 jam dan 6 jam berturut-turut dari bawah ke atas skala disebelah kanan menunjukkan ukuran dalam satuan μm .

KESIMPULAN

Proses penghalusan dengan metode *HEM* dan proses *sonocHEMistry* telah dilakukan pada serbuk magnet berbasis $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Hasil proses menunjukkan proses *HEM* cukup cepat untuk mengecilkan serbuk sampai orde dibawah $1\ \mu\text{m}$ namun dengan perubahan fasa dan sifat magnetik yang cukup signifikan. Dilain pihak dengan proses *sonochemistry* dapat dilakukan proses penghalusan serbuk dengan perubahan fasa maupun sifat magnetik yang lebih dapat dikendalikan selama proses. Namun demikian proses memerlukan waktu yang cukup lama. Untuk mengetahui kondisi optimal dari proses ini pada penghalusan serbuk $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ perlu dilakukan studi lanjutan dengan memvariasikan berbagai parameter proses secara sistematis.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih dan penghargaan sebesar-besarnya kepada Sdr. Wisnu Ari Adi SU dari BBM-P3IB atas bantuannya dalam pengambilan data pola difraksi sinar-X serta Sdr. Wahyudianingsih yang telah membantu penyiapan cuplikan sehingga penelitian dapat berjalan dengan baik

DAFTAR ACUAN

- [1.] SKOMSKI, R., *J. Phys.: Condens. Matter* **15** (2003) R841-848
- [2.] PANKHURST, Q.A., CONNOLY, J., JONES, S.K. and DOBSON, J., *J.Phys. D: Appl. Phys.* **36** (2003) R167-R181
- [3.] DAVID BROWN, BAO-MIN MA and ZHONGMIN CHEN, *J. Magn. Magn. Mat.*, **248** (2002) 432-440
- [4.] MUJAMILAH, BAMBANG SUGENG, EVI Y., M.REFAI M., SETYO P. dan RIDWAN, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **3** (2002), 6-9
- [5.] RIDWAN, MUJAMILAH, AKMAL JOHAN dan GRACE TJ. SULUNGBUDI, *akan dipublikasikan*
- [6.] SUSLICK, K.S., FANG, M.M, HYEON, T, MDLELENI, M.M, in *Sonochemistry and Sonoluminescence*, CRUM et.al., Eds. Kluwer Publishers: Dordrecht, Netherlands, (1999) 291-320
- [7.] SORENSEN, C.M., in *Nanoscale Materials in Chemistry* (Ed.: K.J. Klabunde), John Willey and Sons, Inc., New York, (2001) 169
- [8.] D.C. CREW, ER. GIRT, D., SUESS, T., SCHREFL, K.M. KRISHNAN, G. THOMAS and M. GUILOT, *Physical Review* **B66** (2002) 11

TANYA JAWAB

Suharno, Departemen Fisika S2 - UI

Pertanyaan

1. Efek penghalusan terhadap sifat magnet.
2. Apa fungsi toluena pada uji bahan dengan alat.
3. Apakah bahan ini bisa sampai ukuran nanometer.

Jawaban

1. Untuk bahan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ penghalusan serbuk mengakibatkan turunnya nilai magnetisasi saturasi dan koersivitas.
2. Fungsi Toluena untuk mengurangi panas berlebih yang terjadi serta untuk mencegah terjadinya oksidasi selama proses penghalusan.
3. Bahan ini bisa dihaluskan sampai ke ukuran nanometer bila *dimilling* dalam waktu yang cukup lama.